

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problems Mailbox.**

WEST



Generate Collection

L4: Entry 18 of 39

File: DWPI

Dec 19, 1995

DERWENT-ACC-NO: 1998-182316

DERWENT-WEEK: 199818

COPYRIGHT 2001 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Coating liquid for colour filter for colour LCD - is composed of predetermined mixture of first and second compounds, among which metal chelate compound is formed from metal alkoxide

PRIORITY-DATA: 1994JP-0127664 (June 9, 1994)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
JP 07331172 A	December 19, 1995		009	C09D183/00

INT-CL (IPC): C08K 5/05; C08L 83/00; C09D 183/00

ABSTRACTED-PUB-NO: JP07331172A

BASIC-ABSTRACT:

The liquid is composed of a mixture of first and second components. The first component consists of a polysiloxane obtained by hydrolysis of an alkoxysilane compound. The polysiloxane has alkyl, aryl or alkenyl group or hydrogen.

The second component is of metal atoms of titanium, zirconium or aluminium. A metal alkoxide is formed from the metal; and a chelate is formed from the alkoxide.

ADVANTAGE - Coating with high humidity resistance, toughness and refractive index uniformity is provided. Manufacture is simplified.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-331172

(43) 公開日 平成7年(1995)12月19日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 9 D 183/00	P M M			
C 0 8 K 5/05				
C 0 8 L 83/00	L R M			

審査請求 未請求 請求項の数7 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願平6-127664

(22) 出願日 平成6年(1994)6月9日

(71) 出願人 000003159

東レ株式会社

東京都中央区日本橋室町2丁目2番1号

(72) 発明者 山舖 有香

滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内

(72) 発明者 谷口 雅治

滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内

(72) 発明者 浅野 昌也

滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内

(54) 【発明の名称】 カラーフィルタ保護膜形成用塗液組成物

(57) 【要約】

【構成】シロキサンポリマーと、特定の金属アルコキシドおよび／または該金属アルコキシドから誘導される金属キレート化合物を含有することを特徴とするカラーフィルタ保護膜形成用塗液組成物。

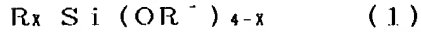
【効果】本発明のカラーフィルタ保護膜形成用塗液組成物は、高温高湿耐性、強靱性、塗布性、平坦性に優れた被膜を得ることができ、かつ、製造方法が簡便である。

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】次の(A)成分と(B)成分とを含有することを特徴とするカラーフィルタ保護膜形成用塗液組成物。

(A) 下記一般式(1)



(ただし、R、R⁻は同一もしくは異なっても良く、それぞれ水素、アルキル基、アリール基、アルケニル基、またはそれらの置換体を表わす。また、Xは0～3の整数である。)で表わされるアルコキシシランを加

(B) 下記一般式(2)



(ただし、Mはチタン、ジルコニウム、またはアルミニウムの金属原子である。R''は同一もしくは異なっても良く、それぞれ水素、アルキル基、アリール基、アルケニル基、およびそれらの置換体を表わす。また、mは金属原子Mの原子価を意味する。)で表わされる金属アルコキシドおよび/または該金属アルコキシドから誘導される金属キレート化合物。

【請求項2】該金属アルコキシドがジルコニウムアルコキシドであることを特徴とする請求項1記載のカラーフィルタ保護膜形成用塗液組成物。

【請求項3】該アルコキシシランがアルコキシ基を除く反応性基を有するものであることを特徴とする請求項1記載のカラーフィルタ保護膜形成用塗液組成物。

【請求項4】該反応性基がビニル基、γ-メタクリロキシプロピル基、γ-グリシドキシプロピル基の中から選ばれた1種以上であることを特徴とする請求項3記載のカラーフィルタ保護膜形成用塗液組成物。

【請求項5】アルコキシシランを加水分解および縮合させる際に、溶剤の一部または全部として、沸点100～300℃の液体を用いることを特徴とする請求項1記載のカラーフィルタ保護膜形成用塗液組成物。

【請求項6】アルコキシシランを加水分解および縮合させる際に、副生するアルコールおよび水を留出させながら、反応を進行させることを特徴とする請求項1記載のカラーフィルタ保護膜形成用組成物保護膜形成用塗液組成物。

【請求項7】アルコキシシランを加水分解および縮合させる際に、酸触媒を用いることを特徴とする請求項1記載のカラーフィルタ保護膜形成用組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、アルコキシシランを加水分解および縮合させることによって得られるシロキサンポリマーと金属アルコキシドおよび/または該金属アルコキシドから誘導される金属キレート化合物とを含有するカラーフィルタ保護膜形成用塗液組成物に関するも

2

のであり、さらに詳しくは、高温高湿耐性、強靱性、塗布性、平坦性に優れた被膜を得ることができるカラーフィルタ保護膜形成用塗液組成物に関するものである。

【0002】

【従来の技術】近年、液晶素子に色分解用カラーフィルタを組み合わせたカラー液晶表示素子が、多々提案されている。一般的なカラーフィルタの構成としては、ガラス等の透明基板上に画素を形成させた上に、保護膜層を設け、ついでITO透明電極を配するものであるが、この保護膜層には下層を構成する画素、ガラス、さらにはブラックマトリックス成分として使用されるクロム等との接着性、上層を構成するITOとの接着性、画素不純物成分の遮蔽性、耐熱性、耐光性、耐溶剤性、耐薬品性、そして、高温高湿耐性、強靱性、平坦性等の幅広い特性が要求される。このような保護膜を形成せしめる熱硬化性塗液組成物として、特に耐熱性の見地からシロキサンポリマーやシリコーンポリイミド前駆体等の提案が行われている。

【0003】アルコキシシランを加水分解および縮合させることによって得られるシロキサンポリマーを含有した塗液組成物としては、特開昭63-241076号、特開平3-126612号、特開平3-188179号公報などに示されるごとく広く知られている。しかし、得られる被膜には高温高湿耐性がない、つまり、高温高湿の環境下に長期間保管すると、被膜にピンホール状の欠陥やマイクロクラックが発生したり、被膜が基板からの剥離するといった問題点を有していた。

【0004】また、アルコキシシランと他の金属アルコキシドを原料として、加水分解および縮合させることによって得られるポリマーを含有した塗液組成物も、特開平3-20377号、特開平3-279210号公報などに示されるごとく知られているが、アルコキシシランと他の金属アルコキシドの反応性が非常に異なるために製造が困難であったり、尹過性が悪いという問題点を有していた。

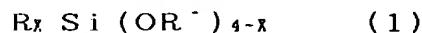
【0005】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、高温高湿耐性、さらには強靱性、塗布性、平坦性に優れた被膜を得ることができ、かつ、製造方法が簡便なカラーフィルタ保護膜形成用塗液組成物を提供することにある。

【0006】

【課題を解決するための手段】かかる本発明の目的は、次の(A)成分と(B)成分とを含有することを特徴とするカラーフィルタ保護膜形成用塗液組成物により達成される。

(A) 下記一般式(1)



(ただし、R、R⁻は同一もしくは異なっても良く、それぞれ水素、アルキル基、アリール基、アルケニル基、またはそれらの置換体を表わす。また、Xは0～

3

3の整数である。)で表わされるアルコキシシランを加水分解および縮合させることによって得られるシロキサンポリマー。

(B) 下記一般式(2)

$M(OR'')_m$ (2)

(ただし、Mはチタン、ジルコニウム、またはアルミニウムの金属原子である。R''は同一もしくは異なっているいても良く、それぞれ水素、アルキル基、アリール基、アルケニル基、およびそれらの置換体を表わす。また、mは金属原子Mの原子価を意味する。)で表わされる金属アルコキシドおよび/または該金属アルコキシドから誘導される金属キレート化合物。

【0007】本発明者らは、カラーフィルタ保護膜として、可視光領域での透明性が優れていることから、アルコキシシランを加水分解および縮合させることによって得られるシロキサンポリマーからなる塗液組成物に着目した。しかしながら、前述の通り、従来のシロキサンポリマーからなる塗液組成物を塗布、製膜することにより得られるカラーフィルタ保護膜は高温高湿耐性が悪かった。そこで、この不良の原因について本発明者らが検討を行なったところ、カラーフィルタ保護膜の硬化度が低いことが主原因であることがわかった。つまり、カラーフィルタ保護膜が形成される基板であるカラーフィルタの耐熱性が300℃程度であるために、カラーフィルタ保護膜を硬化させる際の加熱温度は通常、300℃以下、例えば、250～280℃に設定される。しかしながら、従来のカラーフィルタ保護膜はこれらの温度では十分に硬化が完了しない。そこで、本発明者らは鋭意研究を重ねた結果、アルコキシシランを加水分解および縮合させることによって得られるシロキサンポリマーに、金属アルコキシドあるいは該金属アルコキシドから誘導される金属キレート化合物を添加することにより、300℃以下の硬化温度でも十分に硬化しうるカラーフィルタ保護膜を見出だした。

【0008】一方、アルコキシシランと他の金属アルコキシドを原料として用いた類似組成物として、アルコキシシランと他の金属アルコキシドを原料として、共加水分解し、さらに縮合させることによって得られるポリマーを含有した組成物が知られている。しかし、この組成物においては、アルコキシシランと他の金属アルコキシドの加水分解反応性が非常に異なるために、これらを共加水分解することは非常に困難で、ゲル化、沈殿生成などの製造上の問題や、歩過性不良といった問題がある。これに対して、本発明の方法によれば、加水分解反応性が低いアルコキシシランのみを先に加水分解および縮合させ、その後、他の金属アルコキシドあるいは該金属アルコキシドから誘導される金属キレート化合物を添加するので、これらの問題なく、容易に製造することができる。

【0009】従って、高温高湿耐性に優れた被膜を得る

4

ことができ、かつ製造方法が簡便なカラーフィルタ保護膜形成用塗液組成物が得られることを見出だし、本発明に到達したものである。

【0010】以下、本発明の構成を順に説明する。

【0011】成分(A)：アルコキシシランを加水分解および縮合させることによって得られるシロキサンポリマー

【0012】本発明に使用されるシロキサンポリマーは、アルコキシシランに水を反応させて加水分解し、さらに加熱または常温での放置により部分的に脱水縮合させることにより高分子量化させたものである。

【0013】本発明に使用されるアルコキシシランは下記一般式(1)で表わされるものである。

$R_x Si(OR')_{4-x}$ (1)

(ただし、R、R'は同一もしくは異なっているいても良く、それぞれ水素、アルキル基、アリール基、アルケニル基、およびそれらの置換体を表わす。また、Xは0～3の整数である。)

【0014】Rは、例えば、水素；メチル基、エチル基、n-プロピル基、i-プロピル基などのアルキル基；フェニル基などのアリール基；ビニル基などのアルケニル基；β-(3,4-エポキシシクロヘキシル)エチル基、γ-メタクリロキシプロピル基、γ-グリシドキシプロピル基、γ-クロロプロピル基、γ-メルカプトプロピル基、γ-アミノプロピル基、N-フェニルγ-アミノプロピル基、N-β(アミノエチル)γ-アミノプロピル基、トリフルオロメチル基、3,3,3-トリフルオロプロピル基などの置換アルキル基などが挙げられる。これらの中から、1種、あるいは2種以上を組み合わせて用いることができる。この選択により、得られる被膜の特性を調整することが可能である。特に、被膜の強靱性向上の点から、Rとしてアルコキシ基を除く、反応性基を有するものであるのが望ましい。例えば、ビニル基、γ-メタクリロキシプロピル基、γ-グリシドキシプロピル基である。これらを用いることにより、得られる被膜は、シロキサン骨格のみでなく、これら反応基による架橋形成による骨格形成が成され、膜の強靱性が向上するのである。

【0015】R'は、例えば、水素；メチル基、エチル基、n-プロピル基、i-プロピル基、n-ブチル基、sec-ブチル基、t-ブチル基などのアルキル基；フェニル基などのアリール基；アセチル基、β-メトキシエトキシ基などの置換アルキル基などが挙げられる。

【0016】これらのアルコキシシランの具体例としては、テトラヒドロキシシラン、テトラメトキシシラン、テトラエトキシシラン、メチルトリメトキシシラン、メチルトリエトキシシラン、フェニルトリメトキシシラン、フェニルトリエトキシシラン、ビニルトリメトキシシラン、ビニルトリエトキシシラン、γ-メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン、γ-メタクリロキシ

ロピルトリエトキシシラン、 γ -グリシドキシプロピルトリエトキシシラン、 γ -グリシドキシプロピルトリエトキシシラン、ジメチルジメトキシシラン、ジメチルジエトキシシラン、ジフェニルジメトキシシラン、ジフェニルジエトキシシラン、 γ -メタクリロキシプロピルメチルジエトキシシラン、 γ -グリシドキシプロピルメチルジエトキシシラン、トリフルオロメチルトリエトキシシラン、トリフルオロメチルトリエトキシシランを挙げることができ、これらのアルコキシシランは単独、または2種以上を混合して用いることができる。

【0017】これらのアルコキシシランの加水分解および縮合反応は無溶媒でも良いが、通常は有機溶媒中で行なわれる。例えば、メタノール、エタノール、プロパノール、ブタノール、3-メチル-3-メトキシブタノールなどのアルコール類；エチレングリコール、プロピレングリコールなどのグリコール類；エチレングリコールモノメチルエーテル、プロピレングリコールモノメチルエーテル、プロピレングリコールモノブチルエーテル、ジエチルエーテルなどのエーテル類；メチルイソブチルケトン、ジイソブチルケトンなどのケトン類；ジメチルホルムアミド、ジメチルアセトアミドなどのアミド類；エチルアセテート、エチルセロソルブアセテート、3-メチル-3-メトキシブチルアセテートなどのアセテート類；トルエン、キシレン、ヘキサン、シクロヘキサンなどの芳香族あるいは脂肪族炭化水素のほか、N-メチル-2-ピロリドン、 γ -ブチロラクトン、ジメチルスルホキシドを挙げることができる。

【0018】本発明においては、溶媒は除去されることがなく、最終的に得られる塗液の溶剤を兼用することができる。従って、得られる塗液の塗布性向上の点からは、

沸点100~300℃の液体を用いるのが好ましい。

【0019】溶媒の量は任意に選択可能であるが、アルコキシシラン1重量部に対して、0.1~10.0重量部の範囲で用いるのが好ましい。

【0020】加水分解および部分縮合反応をさせるために用いる水はイオン交換水が好ましく、その量はアルコキシシラン1モルに対して、1~4倍モルの範囲で用いるのが好ましい。

【0021】また、加水分解および縮合反応をさせるために必要に応じて、触媒を用いることができる。用いる触媒としては、塩酸、硫酸、酢酸、トリフルオロ酢酸、リン酸、硼酸、p-トルエンスルホン酸、イオン交換樹脂などの酸触媒、トリエチルアミン、ジエチルアミン、トリエタノールアミン、ジエタノールアミン、水酸化ナトリウム、水酸化カリウムなどの塩基触媒が挙げられるが、得られる被膜の強靱性向上の点からは酸触媒が好ましい。

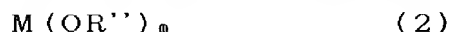
【0022】触媒の量は、アルコキシシラン1重量部に対して、0.001~0.1重量部の範囲で用いるのが好ましい。0.1重量部を越えると、塗液の保存安定

性、および平坦性が損なわれる。また、0.001重量部より少ない場合では、低重合度ポリマーしか得られず塗布性が損なわれる。

【0023】加水分解および部分縮合の反応温度は凝固点から沸点の範囲で通常選択されるが、沸点以上の温度で、副生する低沸点アルコールおよび水を留去させながら、反応を進行させることが塗布性および保存安定性の点から好ましい。

【0024】成分(B)の金属アルコキシド、あるいは該金属アルコキシドから誘導される金属キレート化合物は、保護膜の硬化温度を下げる目的で成分(A)に添加されるものであり、本発明の特徴ある成分である。

【0025】本発明において用いられる金属アルコキシドは、下記一般式(2)で表わされる。



(Mはチタン、ジルコニウム、またはアルミニウムの金属原子である。R''は同一もしくは異なっていても良く、それぞれ水素、アルキル基、アリール基、アルケニル基、およびそれらの置換体を表わす。また、mは金属原子Mの原子価を意味する。)

【0026】Mはチタン、ジルコニウム、またはアルミニウムの金属原子である。ボロン、マグネシウムなどは、反応性がシリコンアルコキシドと同等程度であるために低温硬化に効果がなかったり、あるいは、反応性が極端に高すぎて実用的でない。チタン、ジルコニウム、アルミニウムのアルコキシド化合物を用いた場合のみ、本発明の特徴である被膜の硬化温度を下げる効果が見られ、耐高温高湿耐性に優れた被膜を得ることができ、カラーフィルタ保護膜として適したものであることを掘んだ。さらには、チタン、ジルコニウム、アルミニウムのうち、ジルコニウムを用いた場合は、被膜の強靱性の向上にも非常に有効であることから、特にジルコニウムアルコキシド、あるいはジルコニウムアルコキシドのキレート化合物を用いるのが好ましい。

【0027】R''は、例えば、水素；メチル基、エチル基、n-プロピル基、i-プロピル基、n-ブチル基、sec-ブチル基、t-ブチル基などのアルキル基；フェニル基などのアリール基；アセチル基、 β -メトキシエトキシ基などの置換アルキル基などが挙げられる。

【0028】具体例としては、テトライソプロポキシチタン、テトラノルマルブトキシチタン、テトライソプロポキシジルコニウム、テトラノルマルブトキシジルコニウム、トリイソプロポキシアルミニウム、トリノルマルブトキシアルミニウムなどが挙げられる。

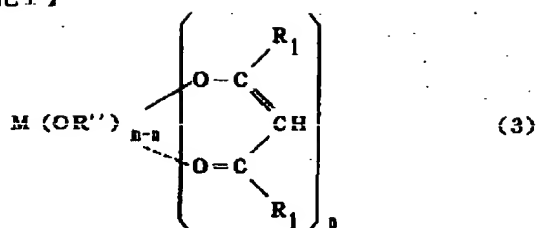
【0029】また、本発明において用いられる金属キレート化合物は上記一般式(2)で表わされる金属アルコキシドから誘導される金属キレート化合物である。

【0030】また、金属キレート化合物は、金属アルコキシドにキレート化剤を反応させることにより容易に得られ、下記一般式(3)に示されるようなものが好まし

7

い。

【化1】



(ただし、Mはチタン、ジルコニウム、またはアルミニウムの金属原子である。R'は同一もしくは異なっているが、それぞれ水素、アルキル基、アリール基、アルケニル基、およびそれらの置換体、R₁は同一もしくは異なっているが、それぞれ水素、アルキル基、アリール基、アルケニル基、アルコキシ基およびそれらの置換体を表す。また、mは金属原子Mの原子価、nは0～mの数を意味する。)

【0031】キレート化剤の例としては、アセチルアセトン、ベンゾイルアセトン、ジベンゾイルメタンなどのβ-ジケトン；アセト酢酸エチル、ベンゾイル酢酸エチルなどのβ-ケト酸エステルなどを用いることができる。

【0032】金属アルコキシドは種々の化学理論量のキレート化剤と反応して相当する金属キレート化合物となるため、用いるキレート化剤の量は金属アルコキシド1モルに対して、0.1～10モルの範囲で、成分(A)の反応性に依りて決めることが好ましい。すなわち、成分(A)の反応性が低い場合には、金属アルコキシドあるいは低配位の金属キレート化合物を用いることができるが、成分(A)の反応性が高い場合には、より加水分解安定性が高い高配位の金属キレート化合物を用いるのが好ましい。

【0033】反応溶媒は生成するアルコールと共沸するものを用い、脱水処理を施したものを用いるのが好ましい。例えば、メタノール、エタノール、プロパノール、ブタノール、3-メチル-3-メトキシブタノールなどのアルコール類；エチレングリコール、プロピレングリコールなどのグリコール類；エチレングリコールモノメチルエーテル、プロピレングリコールモノメチルエーテル、プロピレングリコールモノブチルエーテル、ジエチルエーテルなどのエーテル類；メチルイソブチルケトン、ジイソブチルケトンなどのケトン類；ジメチルホルムアミド、ジメチルアセトアミドなどのアミド類；エチルアセテート、エチルセロソルブアセテート、3-メチル-3-メトキシブチルアセテートなどのアセテート類；トルエン、キシレン、ヘキサン、シクロヘキサンなどの芳香族あるいは脂肪族炭化水素のほか、N-メチル-2-ピロリドン、γ-ブチロラクトン、ジメチルスルホキシドなどを挙げることができる。溶媒の量は任意に選択可能であるが、金属アルコキシド1重量に対し

8

て、1～50.0重量の範囲で用いるのが好ましい。

【0034】また、反応温度は凝固点から沸点の範囲で通常選択される。

【0035】なお、反応雰囲気は窒素雰囲気下で行なうのが好ましい。

【0036】本発明のカラーフィルタ保護膜形成用塗液組成物においては、成分(A)のシロキサンポリマーと成分(B)の金属アルコキシド、または該金属アルコキシドから誘導される金属キレート化合物とを各々、通常、有機溶媒、好ましくは沸点100℃以上の有機溶剤を溶剤として用いた溶液状態で用いる。溶剤は、成分(A)ではシロキサンポリマーを合成した際の反応溶媒、成分(B)では金属キレート化合物を合成した際の反応溶媒をそれぞれ、そのまま溶剤として用いることもできる。また、必要に応じて、反応後、塗布性向上などのために溶剤置換を行なうこと、濃度調整のために溶剤の添加、除去を行なうことも可能である。この時の溶剤としては、シロキサンポリマーや金属キレート化合物の合成に用いることができる溶媒として前述した溶剤を単独、あるいは2種以上を混合して用いることができる。

【0037】本発明のカラーフィルタ保護膜形成用塗液組成物は、これらの成分(A)のシロキサンポリマーの溶液と成分(B)の金属アルコキシド、あるいは金属キレート化合物との溶液を均一に混合することにより得られる。

【0038】混合の割合としては、シロキサンポリマー100重量部に対し、金属アルコキシド、または金属キレート化合物0.1～20重量部が好ましく、より好ましくは、0.5～5重量部である。

【0039】混合方法としては、常温での混合した後、1時間～1日間程度の放置、あるいは、沸点以下での加熱を数時間行なうのが好ましい。

【0040】さらに、本発明のカラーフィルタ保護膜形成用塗液組成物には、必要に応じて、膜硬化剤、粘度調整剤、界面活性剤、安定化剤、着色剤、ガラス質形成剤などを添加することができる。

【0041】本発明のカラーフィルタ保護膜形成用塗液組成物から被膜を形成するための塗布方法としては、特に限定されないが、例えば、スピン塗布、ディッピング塗布、スプレー塗布、スクリーン塗布、スクリーン印刷、オフセット印刷などの方法を用いることができる。

【0042】さらに被膜を硬化させるための方法としては、加熱方法が一般的であり、300℃以下の温度で、好ましくは250～280℃で5分～1時間程度加熱すれば良い。もちろん、それ以上の温度で加熱することも可能である。また、他の硬化方法としては、UV照射などを行なうこともできる。

【0043】本発明のカラーフィルタ保護膜形成用塗液組成物から得られる被膜は、カラーフィルタ保護膜のほか、半導体素子の保護膜、層間絶縁膜、平坦化膜、導波

路形成用材料、位相シフト用材料、さらには、各種電子部品の保護膜として用いることができる。

【0044】

【実施例】次に、実施例により本発明をさらに詳細に説明する。

【0045】実施例1

成分(A)

メチルトリメトキシシラン10モル、フェニルトリメトキシシラン10モルのアルコキシシランを3-メチルー3-メトキシブタノール4kgに溶解し、これに、リン酸水溶液(水60モル、リン酸0.17モル)を攪拌しながら加えた。得られた溶液を100℃のオイルバスで加熱し、低沸点物を留出させながら、2時間反応させた。その後、さらに130℃のオイルバスで加熱し、低沸点物を留出させながら、2時間反応させた。得られた溶液を3-メチルー3-メトキシブタノールを用いて、濃度30%に調製した。(以下、濃度は固形分濃度を示す)

成分(B)

テトラブトキシジルコニウム1モルを3-メチルー3-メトキシブタノール1500gに溶解し、これにアセト酢酸エチル5モルを攪拌しながら加えた。得られた溶液を室温で1時間を攪拌しながら、反応させた。(濃度:4.7%)

次に、成分(A)650gと、成分(B)50gを混合して、室温にて2時間攪拌し、均一な溶液とし、さらに3-メチルー3-メトキシブタノールを用いて、固形分濃度を25%に調製して、カラーフィルタ保護膜形成用塗液を得た。

【0046】得られた塗液をカラーフィルタ上にスピンコーターを用いて塗布し、280℃で1時間キュアし、膜厚2μmで欠陥の有無を調べ、次に、この被膜を120℃、100%RHの高温高湿雰囲気下に1日間放置し、劣化の有無を調べた。

【0047】その結果、高温高湿雰囲気放置前後ともに、ピンホール状の欠陥やマイクロクラック、剥離などの問題は発生しなかった。

【0048】また、強靱性は鉛筆硬度試験で5Hという結果であった。

【0049】実施例2

成分(A)

メチルトリメトキシシラン7モル、ジメチルジメトキシシラン3モル、フェニルトリメトキシシラン2モルのアルコキシシランをプロピレングリコールモノメチルエーテル1.5kgに溶解し、これに、酢酸水溶液(水33モル、酢酸0.1モル)を攪拌しながら加えた。得られた溶液を100℃のオイルバスで加熱し、低沸点物を留出させながら、2時間反応させた。その後、さらに130℃のオイルバスで加熱し、低沸点物を留出させながら、2時間反応させた。得られた溶液を3-メチルー3-

メトキシブチルアセテートを用いて、濃度30%に調製した。次に、成分(A)500gと、実施例1の成分(B)100gを混合して、室温にて2時間攪拌し、均一な溶液とし、さらに3-メチルー3-メトキシブタノールアセテートを用いて、固形分濃度を25%に調製して、カラーフィルタ保護膜形成用塗液を得た。

【0050】得られた塗液をカラーフィルタ上にスピンコーターを用いて塗布し、280℃で1時間キュアし、膜厚2μmで欠陥の有無を調べ、次に、この被膜を120℃、100%RHの高温高湿雰囲気下に1日間放置し、劣化の有無を調べた。

【0051】その結果、高温高湿雰囲気放置前後ともに、ピンホール状の欠陥やマイクロクラック、剥離などの問題は発生しなかった。

【0052】また、強靱性は鉛筆硬度試験で4Hという結果であった。

【0053】実施例3

成分(A)

メチルトリメトキシシラン1モル、フェニルトリメトキシシラン1モル、γ-メタクリロキシプロピルトリエトキシシラン2モルのアルコキシシランをプロピレングリコールモノメチルエーテル1kgに溶解し、これに、リン酸水溶液(水20モル、リン酸0.03モル)を攪拌しながら加えた。得られた溶液を100℃のオイルバスで加熱し、低沸点物を留出させながら、2時間反応させた。その後、さらに130℃のオイルバスで加熱し、低沸点物を留出させながら、2時間反応させた。得られた溶液をプロピレングリコールモノメチルエーテルを用いて、濃度30%に調製した。

【0054】次に、成分(A)500gと、実施例1の成分(B)5gを混合して、室温にて2時間攪拌し、均一な溶液とし、さらに3-メチルー3-メトキシブタノールを用いて、固形分濃度を25%に調製して、カラーフィルタ保護膜形成用塗液を得た。

【0055】得られた塗液をカラーフィルタ上にスピンコーターを用いて塗布し、280℃で1時間キュアし、膜厚2μmで欠陥の有無を調べ、次に、この被膜を120℃、100%RHの高温高湿雰囲気下に1日間放置し、劣化の有無を調べた。

【0056】その結果、高温高湿雰囲気放置前後ともに、ピンホール状の欠陥やマイクロクラック、剥離などの問題は発生しなかった。

【0057】また、強靱性は鉛筆硬度試験で5Hという結果であった。

【0058】実施例4

成分(A)

メチルトリメトキシシラン1モル、フェニルトリメトキシシラン1モル、ビニルトリエトキシシラン1モルのアルコキシシランを3-メチルー3-メトキシブタノール1000gに溶解し、これに、リン酸水溶液(水9モ

11

ル、リン酸0.06モル)を攪拌しながら加えた。得られた溶液を100℃のオイルバスで加熱し、低沸点物を留出させながら、2時間反応させた。その後、さらに130℃のオイルバスで加熱し、低沸点物を留出させながら、2時間反応させた。得られた溶液を3-メチルー3-メトキシブチルアセテートを用いて、濃度30%に調製した。次に、成分(A)300gと、実施例1の成分(B)100gを混合して、室温にて2時間攪拌し、均一な溶液とし、さらに3-メチルー3-メトキシブタノールを用いて、固形分濃度を25%に調製して、カラーフィルタ保護膜形成用塗液を得た。

【0059】得られた塗液をカラーフィルタ上にスピンコーターを用いて塗布し、280℃で1時間キュアし、膜厚2μmで欠陥の有無を調べ、次に、この被膜を120℃、100%RHの高温高湿雰囲気下に1日間放置し、劣化の有無を調べた。

【0060】その結果、高温高湿雰囲気放置前後ともに、ピンホール状の欠陥やマイクロクラック、剥離などの問題は発生しなかった。

【0061】また、強靱性は鉛筆硬度試験で5Hという結果であった。

【0062】実施例5

実施例1において、成分(B)として、テトラノルマルブチルジルコニウムの3-メチルー3-メトキシブタノール溶液(濃度:4.7%)を用いて、カラーフィルタ保護膜形成用塗液を得た。

【0063】得られた塗液をカラーフィルタ上にスピンコーターを用いて塗布し、280℃で1時間キュアし、膜厚2μmで欠陥の有無を調べ、次に、この被膜を120℃、100%RHの高温高湿雰囲気下に1日間放置し、劣化の有無を調べた。

【0064】その結果、高温高湿雰囲気放置前後ともに、ピンホール状の欠陥やマイクロクラック、剥離などの問題は発生しなかった。

【0065】また、強靱性は鉛筆硬度試験で5Hという結果であった。

【0066】実施例6

実施例2において、成分(B)として、テトラノルマルブチルジルコニウムの3-メチルー3-メトキシブタノール溶液(濃度:4.7%)を用いて、カラーフィルタ保護膜形成用塗液を得た。

【0067】得られた塗液をカラーフィルタ上にスピンコーターを用いて塗布し、280℃で1時間キュアし、膜厚2μmで欠陥の有無を調べ、次に、この被膜を120℃、100%RHの高温高湿雰囲気下に1日間放置し、劣化の有無を調べた。

【0068】その結果、高温高湿雰囲気放置前後ともに、ピンホール状の欠陥やマイクロクラック、剥離などの問題は発生しなかった。

【0069】また、強靱性は鉛筆硬度試験で4Hという

12

結果であった。

【0070】実施例7

実施例3において、成分(B)として、テトラノルマルブチルジルコニウムの3-メチルー3-メトキシブタノール溶液(濃度:4.7%)を用いて、カラーフィルタ保護膜形成用塗液を得た。

【0071】得られた塗液をカラーフィルタ上にスピンコーターを用いて塗布し、280℃で1時間キュアし、膜厚2μmで欠陥の有無を調べ、次に、この被膜を120℃、100%RHの高温高湿雰囲気下に1日間放置し、劣化の有無を調べた。

【0072】その結果、高温高湿雰囲気放置前後ともに、ピンホール状の欠陥やマイクロクラック、剥離などの問題は発生しなかった。

【0073】また、強靱性は鉛筆硬度試験で5Hという結果であった。

【0074】実施例8

実施例4において、成分(B)として、テトラノルマルブチルジルコニウムの3-メチルー3-メトキシブタノール溶液(濃度:4.7%)を用いて、カラーフィルタ保護膜形成用塗液を得た。

【0075】得られた塗液をカラーフィルタ上にスピンコーターを用いて塗布し、280℃で1時間キュアし、膜厚2μmで欠陥の有無を調べ、次に、この被膜を120℃、100%RHの高温高湿雰囲気下に1日間放置し、劣化の有無を調べた。

【0076】その結果、高温高湿雰囲気放置前後ともに、ピンホール状の欠陥やマイクロクラック、剥離などの問題は発生しなかった。

【0077】また、強靱性は鉛筆硬度試験で5Hという結果であった。

【0078】実施例9

実施例1において、成分(B)として、次のものを用いて、カラーフィルタ保護膜形成用塗液を得た。

【0079】成分(B)

テトライソプロポキシチタン1モルを3-メチルー3-メトキシブタノール1500gに溶解し、これにアセチルアセトン5モルを攪拌しながら加えた。得られた溶液を室温で1時間を攪拌しながら、反応させた。(濃度:3.5%)得られた塗液をカラーフィルタ上にスピンコーターを用いて塗布し、280℃で1時間キュアし、膜厚2μmで欠陥の有無を調べ、次に、この被膜を120℃、100%RHの高温高湿雰囲気下に1日間放置し、劣化の有無を調べた。

【0080】その結果、高温高湿雰囲気放置前後ともに、ピンホール状の欠陥やマイクロクラック、剥離などの問題は発生しなかった。

【0081】また、強靱性は鉛筆硬度試験で2Hという結果であった。

【0082】実施例10

13

実施例2において、成分(B)として、実施例9の成分(B)を用いて、カラーフィルタ保護膜形成用塗液を得た。

【0083】得られた塗液をカラーフィルタ上にスピンコーターを用いて塗布し、280℃で1時間キュアし、膜厚2μmで欠陥の有無を調べ、次に、この被膜を120℃、100%RHの高温高湿雰囲気下に1日間放置し、劣化の有無を調べた。

【0084】その結果、高温高湿雰囲気放置前後ともに、ピンホール状の欠陥やマイクロクラック、剥離などの問題は発生しなかった。

【0085】また、強靱性は鉛筆硬度試験でHという結果であった。

【0086】実施例11

実施例3において、成分(B)として、実施例9の成分(B)を用いて、カラーフィルタ保護膜形成用塗液を得た。

【0087】得られた塗液をカラーフィルタ上にスピンコーターを用いて塗布し、280℃で1時間キュアし、膜厚2μmで欠陥の有無を調べ、次に、この被膜を120℃、100%RHの高温高湿雰囲気下に1日間放置し、劣化の有無を調べた。

【0088】その結果、高温高湿雰囲気放置前後ともに、ピンホール状の欠陥やマイクロクラック、剥離などの問題は発生しなかった。

【0089】また、強靱性は鉛筆硬度試験で2Hという結果であった。

【0090】実施例12

実施例4において、成分(B)として、実施例9の成分(B)を用いて、カラーフィルタ保護膜形成用塗液を得た。

【0091】得られた塗液をカラーフィルタ上にスピンコーターを用いて塗布し、280℃で1時間キュアし、膜厚2μmで欠陥の有無を調べ、次に、この被膜を120℃、100%RHの高温高湿雰囲気下に1日間放置し、劣化の有無を調べた。

【0092】その結果、高温高湿雰囲気放置前後ともに、ピンホール状の欠陥やマイクロクラック、剥離などの問題は発生しなかった。

【0093】また、強靱性は鉛筆硬度試験で2Hという結果であった。

【0094】実施例13

実施例1において、成分(B)として、次のものを用いて、カラーフィルタ保護膜形成用塗液を得た。

【0095】成分(B)

トリスイソプロポキシアルミニウム1モルをトルエン1000gに溶解し、これにアセト酢酸エチル4モルを攪拌しながら加えた。得られた溶液を室温で1時間を攪拌しながら、反応させた。(濃度:3.0%)

得られた塗液をカラーフィルタ上にスピンコーターを用

14

いて塗布し、280℃で1時間キュアし、膜厚2μmで欠陥の有無を調べ、次に、この被膜を120℃、100%RHの高温高湿雰囲気下に1日間放置し、劣化の有無を調べた。

【0096】その結果、高温高湿雰囲気放置前後ともに、ピンホール状の欠陥やマイクロクラック、剥離などの問題は発生しなかった。

【0097】また、強靱性は鉛筆硬度試験で3Hという結果であった。

【0098】実施例14

実施例2において、成分(B)として、実施例13の成分(B)を用いて、カラーフィルタ保護膜形成用塗液を得た。

【0099】得られた塗液をカラーフィルタ上にスピンコーターを用いて塗布し、280℃で1時間キュアし、膜厚2μmで欠陥の有無を調べ、次に、この被膜を120℃、100%RHの高温高湿雰囲気下に1日間放置し、劣化の有無を調べた。

【0100】その結果、高温高湿雰囲気放置前後ともに、ピンホール状の欠陥やマイクロクラック、剥離などの問題は発生しなかった。

【0101】また、強靱性は鉛筆硬度試験で2Hという結果であった。

【0102】実施例15

実施例3において、成分(B)として、実施例13の成分(B)を用いて、カラーフィルタ保護膜形成用塗液を得た。

【0103】得られた塗液をカラーフィルタ上にスピンコーターを用いて塗布し、280℃で1時間キュアし、膜厚2μmで欠陥の有無を調べ、次に、この被膜を120℃、100%RHの高温高湿雰囲気下に1日間放置し、劣化の有無を調べた。

【0104】その結果、高温高湿雰囲気放置前後ともに、ピンホール状の欠陥やマイクロクラック、剥離などの問題は発生しなかった。

【0105】また、強靱性は鉛筆硬度試験で3Hという結果であった。

【0106】実施例16

実施例4において、成分(B)として、実施例13の成分(B)を用いて、カラーフィルタ保護膜形成用塗液を得た。

【0107】得られた塗液をカラーフィルタ上にスピンコーターを用いて塗布し、280℃で1時間キュアし、膜厚2μmで欠陥の有無を調べ、次に、この被膜を120℃、100%RHの高温高湿雰囲気下に1日間放置し、劣化の有無を調べた。

【0108】その結果、高温高湿雰囲気放置前後ともに、ピンホール状の欠陥やマイクロクラック、剥離などの問題は発生しなかった。

【0109】また、強靱性は鉛筆硬度試験で3Hという

結果であった。

【0110】比較例1

実施例1で用いた成分(A)のみからなる塗液をカラーフィルタ上にスピンコーターを用いて塗布し、280℃で1時間キュアし、膜厚2μmで欠陥の有無を調べ、次に、この被膜を120℃、100%RHの高温高湿雰囲気下に1日間放置し、劣化の有無を調べた。

【0111】その結果、高温高湿雰囲気放置前は、ピンホール状の欠陥やマイクロクラック、剥離などの問題は発生しなかったものの、高温高湿雰囲気放置後、ピンホール状の欠陥やマイクロクラック、剥離などの問題が発生した。

【0112】また、強靱性は鉛筆硬度試験でHという結果であった。

【0113】比較例2

実施例2で用いた成分(A)のみからなる塗液をカラーフィルタ上にスピンコーターを用いて塗布し、280℃で1時間キュアし、膜厚2μmで欠陥の有無を調べ、次に、この被膜を120℃、100%RHの高温高湿雰囲気下に1日間放置し、劣化の有無を調べた。

【0114】その結果、高温高湿雰囲気放置前は、ピンホール状の欠陥やマイクロクラック、剥離などの問題は発生しなかったものの、高温高湿雰囲気放置後、ピンホール状の欠陥やマイクロクラック、剥離などの問題が発生した。

【0115】また、強靱性は鉛筆硬度試験でBという結果であった。

【0116】比較例3

実施例3で用いた成分(A)のみからなる塗液をカラーフィルタ上にスピンコーターを用いて塗布し、280℃で1時間キュアし、膜厚2μmで欠陥の有無を調べ、次に、この被膜を120℃、100%RHの高温高湿雰囲気下に1日間放置し、劣化の有無を調べた。

【0117】その結果、高温高湿雰囲気放置前は、ピンホール状の欠陥やマイクロクラック、剥離などの問題は発生しなかったものの、高温高湿雰囲気放置後、ピンホール状の欠陥やマイクロクラック、剥離などの問題が発生した。

【0118】また、強靱性は鉛筆硬度試験で2Hという結果であった。

【0119】比較例4

実施例4で用いた成分(A)のみからなる塗液をカラーフィルタ上にスピンコーターを用いて塗布し、280℃で1時間キュアし、膜厚2μmで欠陥の有無を調べ、次に、この被膜を120℃、100%RHの高温高湿雰囲気下に1日間放置し、劣化の有無を調べた。

【0120】その結果、高温高湿雰囲気放置前は、ピンホール状の欠陥やマイクロクラック、剥離などの問題は発生しなかったものの、高温高湿雰囲気放置後、ピンホール状の欠陥やマイクロクラック、剥離などの問題が発生した。

【0121】また、強靱性は鉛筆硬度試験で2Hという結果であった。

【0122】比較例5

メチルトリメトキシシラン10モル、フェニルトリメトキシシラン10モルのアルコキシシランとテトラブトキシジルコニウム0.1モルを3-メチルー3-メトキシブタノール4kgに溶解し、これに、リン酸水溶液(水60モル、リン酸0.17モル)を攪拌しながら加えた。得られた溶液を100℃のオイルバスで加熱し、低沸点物を留出させながら、2時間反応させた。その後、さらに130℃のオイルバスで加熱し、低沸点物を留出させながら、2時間反応させた。得られた溶液を3-メチルー3-メトキシブタノールを用いて、濃度25%に調製し、カラーフィルタ保護膜形成用塗液を得た。

【0123】しかし、得られた塗液は、0.5μmフィルターで濾過することができず、カラーフィルタ上に塗布することができなかった。

【0124】比較例6

実施例1において、成分(B)として、次のものを用いて、カラーフィルタ保護膜形成用塗液を得た。

【0125】成分(B)

トリイソプロポキシボロン1モルを3-メチルー3-メトキシブタノール1500gに溶解し、これにアセチルアセトン4モルを攪拌しながら加えた。得られた溶液を室温で1時間を攪拌しながら、反応させた。(濃度: 1.7%)

得られた塗液をカラーフィルタ上にスピンコーターを用いて塗布し、280℃で1時間キュアし、膜厚2μmで欠陥の有無を調べ、次に、この被膜を120℃、100%RHの高温高湿雰囲気下に1日間放置し、劣化の有無を調べた。

【0126】その結果、高温高湿雰囲気放置前は、ピンホール状の欠陥やマイクロクラック、剥離などの問題は発生しなかったものの、高温高湿雰囲気放置後、ピンホール状の欠陥やマイクロクラック、剥離などの問題が発生した。

【0127】

【発明の効果】本発明のカラーフィルタ保護膜形成用塗液組成物は、高温高湿耐性、強靱性、塗布性、平坦性に優れた被膜を得ることができ、かつ、製造方法が簡便である。